ChinaXiv合作期刊

第 51 卷 第 4 期 2015 年 4 月 第449-457页

金属学报 ACTA METALLURGICA SINICA

Vol.51 No.4 Apr. 2015 pp.449-457

缺口取向和再结晶对一种定向凝固钴基高温合金热疲劳性能的影响*

濮 晟[1,2] 王 莉[2,3] 谢 光[2,3] 丁贤飞[4] 楼琅洪[2] 冯 强[1,4]

1) 北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083
2) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016
3) 中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016
4) 北京科技大学国家材料服役安全科学中心, 北京 100083

摘 要 在定向凝固钴基高温合金中采用V型缺口分别垂直和平行于凝固方向的板状热疲劳试样, 并在缺口位置预制再结晶组织, 研究了在最高温度为1000 ℃, 最低温度为室温的冷热循环下, 缺口取向和再结晶对定向凝固钴基高温合金热疲劳性能的影响. 结果表明, 缺口取向垂直于凝固方向时, 基体在应力作用下循环氧化开裂; 缺口平行于凝固方向时, 热疲劳性能下降, 裂纹沿枝晶间扩展. 再结晶降低定向凝固钴基高温合金的热疲劳性能, 再结晶晶界氧化开裂, 晶界析出的$M_{23}C_6$型碳化物氧化脱落后形成的孔洞加速了裂纹扩展; 连接枝晶间碳化物的再结晶晶界成为缺口平行于凝固方向时热疲劳裂纹的优先扩展通道.

关键词 缺口取向, 再结晶, 热疲劳, 定向凝固, 钴基高温合金

中图法分类号 TG132.3 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)04-0449-09

EFFECT OF NOTCH ORIENTATION AND LOCAL RECRYSTALLIZATION ON THERMAL FATIGUE PROPERTIES OF A DIRECTIONALLY SOLIDIFIED Co-BASED SUPERALLOY

PU Sheng [1,2], *WANG Li* [2,3], *XIE Guang* [2,3], *DING Xianfei* [4], *LOU Langhong* [2], *FENG Qiang* [1,4]

1) State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083
2) Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016
3) Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016
4) National Center for Materials Service Safety, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

Correspondent: FENG Qiang, professor, Tel: (010)82375850, E-mail: qfeng@skl.ustb.edu.cn

Supported by National Basic Research Program of China (No.2010CB631201), High Technology Research and Development Program of China (No.2012AA03A513), National Natural Science Foundation of China (No.50901079) and Supporting Technology Program of Chinese Ministry of Education (No.625010337)

Manuscript received 2014-08-01, in revised form 2014-12-10

*国家重点基础研究发展计划项目2010CB631201, 国家高技术研究发展计划项目2012AA03A513, 国家自然科学基金项目50901079和教育部支撑技术项目625010337资助

收到初稿日期: 2014-08-01, 收到修改稿日期: 2014-12-10

作者简介: 濮 晟, 男, 1981年生, 工程师

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00425

chinaXiv:202303.00470v1

ChinaXiv合作期刊

ABSTRACT The directionally solidificated (DS) Co-based superalloys are widely used in aircraft turbine vanes due to the good stress-rupture parameters and excellent hot corrosion resistance. The cyclic change of temperatures and complex stress state thermal fatigue (TF) cracks happen frequently in vanes during service. However, most of the work are conducted in Ni-based superalloys and there is rare report concerning the TF behavior of DS Co-based superalloys. Furthermore, due to the residual strain accumulated during processing, shot peening, grinding and recrystallization (RX) frequently occur when the DS components are exposed to high temperatures. It is believed that RX may change the microstructure, especially adding more grain boundaries to DS alloys, and result in the reduction of the mechanical properties of DS superalloys. Therefore, in this work, V-notch plate specimens with notch direction perpendicular and parallel to the DS orientation are machined from the DS plate. Local RX grains are prepared (local indented and then heat treated) in the notch areas of some samples. TF test is conducted between 1000 ℃ to room temperature. The effect of DS orientation and RX on TF properties of a DS Co-based superalloy is investigated. The results indicate that the cracks propagate along the interdendritic regions in the samples with notches parallel to the DS direction, which exhibites lower TF properties than samples with notches vertical to the DS direction. TF cracks initiate and propagate along RX boundaries in samples containing RX grains. Precipitation of $M_{23}C_6$ carbides is found along the RX boundaries during TF tests. Due to the oxidation at the tip of crack, $M_{23}C_6$ desquamates and leads to the formation of micro voids, which accelerates the crack propagation and decreases TF properties of tested alloy. In samples with notches parallel to the DS direction, cracks preferentially propagate along the RX grain boundaries.

KEY WORDS notch orientation, recrystallization, thermal fatigue, directional solidification, Co-based superalloy

钴基合金具有优异的耐高温腐蚀性能、导热性好、热膨胀系数低, 适合于制造航空发动机高温导向叶片[1]. 在服役过程中, 导向叶片工作温度比涡轮叶片约高 100 ℃. 发动机的启停或加力过程中, 温度反复变化, 导向叶片承受更大的热负荷和热冲击. 热应力和热应变的周期性变化, 容易使叶片产生热疲劳裂纹, 导致发动机故障[2,3]. 因此, 热疲劳性能是衡量航空发动机导向叶片材料性能的重要指标之一.

高温合金热疲劳性能的影响因素比较复杂, 热疲劳机制与合金类型有着密切联系. 研究[4~6]表明, 多晶合金一般沿晶界开裂, 但是随着晶粒的尺寸增大, 热疲劳裂纹会转变为穿晶方式扩展, 扩展速率降低, 热疲劳性能提高[7]. 对于定向凝固镍基高温合金, 一般使用V型缺口垂直于定向凝固方向的样品研究热疲劳行为[8,9], 热疲劳裂纹主要沿晶体学取向或者最大切应力方向扩展[8,10,11]. 合金中的碳化物、共晶都可能成为裂纹源, 甚至发生筏化的γ'相也会促进裂纹的扩展[12]. 肖璇等[12]在采用缺口平行于凝固方向的样品研究中发现, DZ445合金的热疲劳裂纹主要沿枝晶间扩展; 升高最高实验温度, 裂纹改变为沿晶体学取向扩展. 由此可见, 缺口取向和显微组织对定向凝固高温合金的热疲劳裂纹形貌有着重要影响. 目前, 有关热疲劳研究主要针对镍基和钴基合金的热疲劳行为研究还非常有限[13], 缺口取向对定向凝固钴基高温合金热疲劳行为的影响还未见报道.

此外, 定向柱晶高温合金叶片在铸造过程中的金属收缩、型芯阻碍以及随后的机加、校形、喷砂等工序均可能导致叶片产生塑性变形, 在固溶热处理或者超高温服役时产生再结晶[14,15]. 研究[16,17]表明, 再结晶作为一种缺陷组织, 严重破坏了定向高温合金的组织完整性, 显著降低合金的高温拉伸、持久及疲劳性能. 然而, 有关再结晶组织对定向凝固高温合金热疲劳性能的影响及其作用机理的研究还缺乏报道.

基于上述背景, 本工作选取一种适用于导向叶片材料的定向凝固钴基高温合金为研究对象, 分别采用V型缺口垂直和平行于凝固方向的试样, 并在缺口位置预制再结晶组织, 研究了缺口取向以及再结晶对合金热疲劳性能的影响. 通过观察裂纹扩展形貌, 分析并揭示缺口取向和再结晶对热疲劳失效的作用机制, 从而为该合金叶片的加工制备与工程应用提供理论参考和实验依据.

1 实验方法

本实验选用的定向凝固钴基高温合金的名义成分(质量分数, %)为: Cr 25, Ni 10, W 7.5, Al 1.2, C 0.45, Ta 0.4, Mo 0.35, Ti 0.3, Zr 0.25, B 0.018, Co 余量. 实验用定向凝固板料由高速凝固法(HRS)制备,

chinaXiv:202303.00470v1

ChinaXiv合作期刊

使用电火花线切割从板料上切取2组尺寸为25 mm×17 mm×3 mm的板片, 其中长边分别垂直和平行于定向凝固方向. 在2组板片短边的中点向内约3 mm的位置, 使用HB-3000型Bridnell硬度计在板片的正反2面进行局部变形, 硬度计压头直径5 mm, 载荷为1500 kg, 保载时间 10 s. 经过局部变形的板片在1250 ℃热处理90 min后空冷. 根据前期实验结果[18], 厚度3 mm的合金板片能产生半径约为2 mm的再结晶区域, 并且在厚度方向上也发生再结晶. 将板片2面压痕磨平, 以压痕的中心位置作为V型缺口中心, 加工标准的热疲劳试样, 如图1所示. 其中, V型缺口垂直于定向凝固方向的热疲劳样品称为横向样品(图1a), 而平行于凝固方向的热疲劳样品称为纵向样品(图1b). 为了比较再结晶对合金热疲劳性能的影响, 分别加工无塑性变形的横向和纵向样品, 并且同样经过1250 ℃, 90 min退火热处理后空冷. 从上述4种状态的样品中, 每种状态各选取5个试样进行实验. 所有样品在实验前均经过机械抛光, 然后在光学显微镜下观察, 以确保缺口附近没有裂纹.

热疲劳实验在箱式马弗炉中进行. 循环周期为加热至1000 ℃, 保温3 min后, 取出水冷至室温. 经过多次冷热循环后, 每个热疲劳试样可能会产生多条裂纹. 在预定的冷热循环周次后, 试样经机械研磨、抛光和金相浸蚀, 用读数显微镜测量主裂纹长度. 主裂纹出现在热疲劳试样的缺口位置, 比其它裂纹粗大, 长度最长. 测量的裂纹长度为同等条件下5个样品10个面中主裂纹长度的平均值. 利用Axiovert200MAT光学显微镜(OM)和S-3400N型扫描电子显微镜(SEM)对各样品的裂纹形貌和显微组织进行观察以及背散射电子(BSE)成像, 并进行能谱(EDS)分析, 采用XRD6000型X射线衍射仪(XRD)进行物相分析. 实验所选用的化学浸蚀剂为4 g $CuSO_4$+80 mL HCl+20 mL C_2H_5OH.

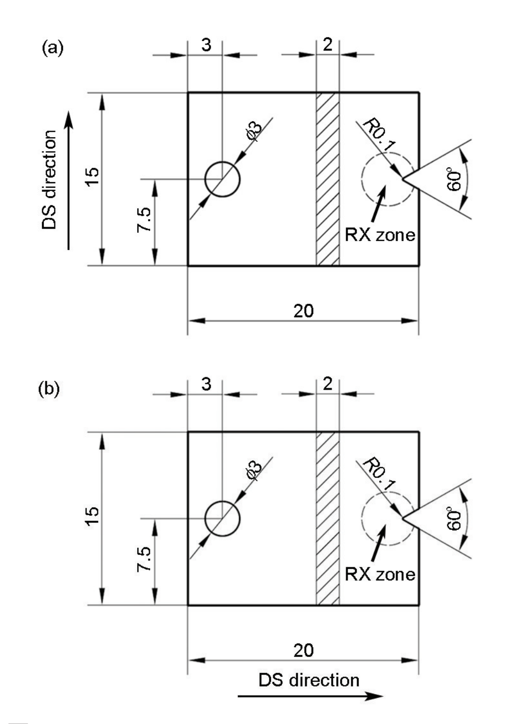


图1 定向凝固钴基高温合金横向和纵向热疲劳试样的示意图

Fig.1 Schematic diagrams of two types of thermal fatigue Co-based superalloy with V notch perpendicular (a) and parallel (b) to directional solidification (DS) direction (unit: mm; RX—recrystalliztion)

2 实验结果

2.1 合金铸态及再结晶显微组织

图2所示为定向凝固钴基高温合金的铸态显微组织. 由图可见, 合金沿<001>方向生长, 一次枝晶轴平行于定向凝固方向, 柱状晶晶界和枝晶间分布着大量碳化物. 图3为合金中碳化物的SEM和BSE像. 由图3a可见, 合金含有3种类型的碳化物, M_7C_3和MC型碳化物呈现块状和不规则形状, 细小的$M_{23}C_6$型碳化物弥散分布在这2种初生碳化物周围. 富Cr的M_7C_3型碳化物亮度较低, MC型碳化物含有Ta, Ti, Zr和W等重元素, 亮度较高, 如图3b所示. 图4为图3中M_7C_3和MC型2种碳化物的EDS分析. 经统计, 合金的一次枝晶间距约为242 μm, 碳化物总含量约为7.3%.

对萃取铸态定向凝固钴基高温合金样品1250 ℃退火90 min后的残余碳化物通过XRD分析后发现, M_7C_3型和MC型2种碳化物仍然存在(图5). 图6为铸态和压痕变形合金经1250 ℃退火90 min后的显微组织. 由图6a可见, 铸态样品退火后, 细小的$M_{23}C_6$型碳化物几乎完全溶解, 枝晶间原本不规则

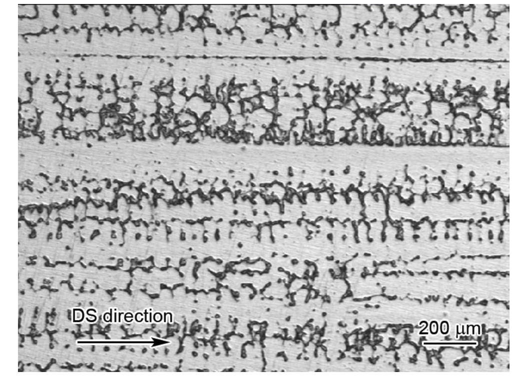


图2 定向凝固钴基高温合金铸态显微组织的OM像

Fig.2 OM image of the as-cast DS Co-based superalloy along longitudinal section

chinaXiv:202303.00470v1

ChinaXiv合作期刊

chinaXiv:202303.00470v1

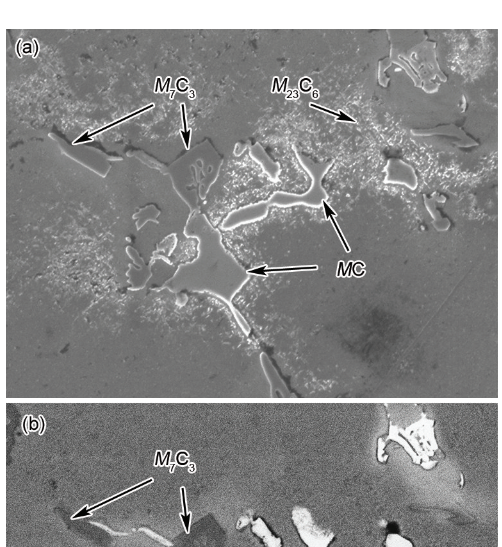
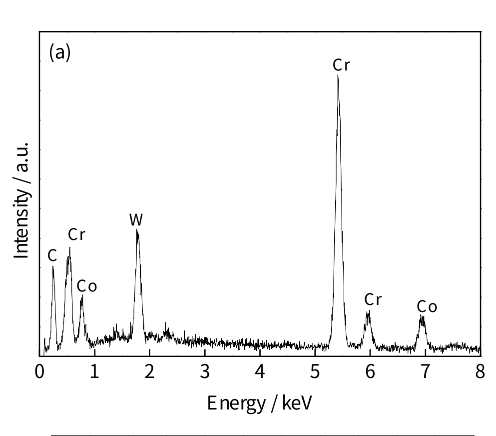


图 3 定向凝固钴基高温合金中碳化物的SEM和BSE像

Fig.3 SEM (a) and BSE (b) images of carbides in DS Co-based superalloy



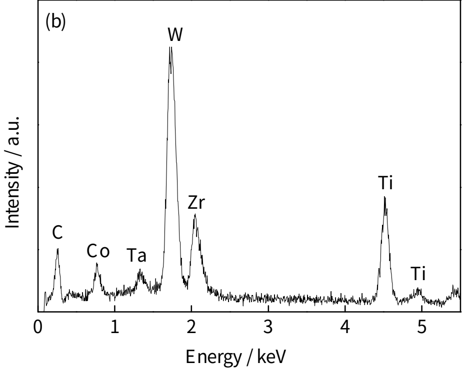


图 4 M_7C_3型碳化物和*MC*型碳化物的EDS分析

Fig.4 EDS analysis of carbides M_7C_3 (a) and *MC* (b)

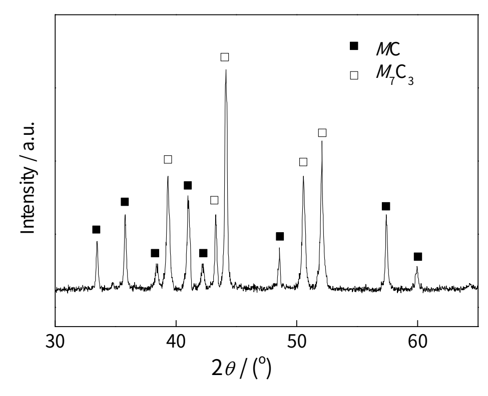


图 5 铸态定向凝固高温合金经1250 ℃退火90 min后碳化物的XRD谱

Fig.5 XRD spectrum of carbides extracted from the as-cast DS Co-based superalloy after annealing at 1250 ℃ for 90 min

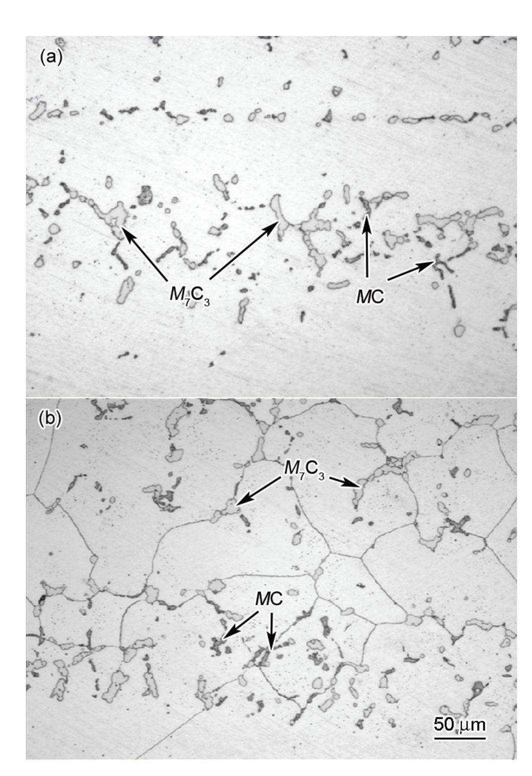
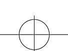


图 6 铸态和压痕变形定向凝固钴基高温合金经1250 ℃退火90 min后的OM像

Fig.6 OM images of the as-cast (a) and deformed DS Co-based superalloy after annealing at 1250 ℃ for 90 min (b)

的M_7C_3型碳化物演变为块状; *MC*型碳化物由于含有高熔点金属元素, 溶入基体的速度较慢, 依旧保持细条状形貌. 如图6b所示, 压痕变形的样品经过高温退火, 变形区域发生完全再结晶, 再结晶晶界较为平直; 合金中$M_{23}C_6$型碳化物也几乎完全溶解, 而M_7C_3和*MC*型碳化物未完全溶解, 部分残余碳化物分布在晶界上. 碳化物含量统计表明, 合金经1250 ℃退火后, 铸态样品碳化物的体积分数降低



ChinaXiv合作期刊

至2.1%左右, 而再结晶区域的碳化物约为2.0%, 2者碳化物含量无明显差别.

2.2 裂纹扩展行为

含有V型缺口定向凝固钴基高温合金从高温水淬至室温, 缺口附近区域发生收缩, 在缺口尖端产生应力集中. 经过多次冷热循环后, 不含再结晶以及发生再结晶的横、纵向4组试样都产生了不同程度的热疲劳裂纹. 图7为主裂纹平均长度(L)与冷热循环周次(N)的关系曲线. 由图可见, 经过5 cyc, 4组样品均保持完整. 15 cyc后, 不含再结晶的横向和纵向样品依然保持完好, 但是含有再结晶的2组样品发生开裂. 冷热循环30 cyc后发现, 不含再结晶的横向和纵向样品也产生裂纹. 随着循环次数的增加, 4组样品的裂纹长度都显著增加. 在75 cyc内, 含再结晶的纵向样品主裂纹扩展长度最长, 不含再结晶的纵向样品次之, 其后是含再结晶的横向样品, 而没有再结晶的横向样品最短.

进一步分析表明, 经过冷热循环75 cyc后, 在2组含有再结晶的样品中, 纵向样品的平均裂纹长度高达1.70 mm, 约为横向样品裂纹长度的2.8倍. 在2组不含再结晶的样品中, 纵向样品平均裂纹长度(1.14 mm)是横向样品(0.26 mm)的4.4倍. 另外, 含再结晶和不含再结晶的横向样品平均裂纹长度分别达到0.61和0.26 mm. 在相同周次下, 纵向样品的裂纹长度和扩展速率也因再结晶的存在而增大. 需要指出的是, 2组纵向样品的裂纹长度和扩展速率始终大于2组横向样品. 上述结果表明, 在合金中, 缺口取向垂直于凝固方向的热疲劳性能始终高于平行于凝固方向, 即使发生再结晶现象, 这种趋势依然不变. 在相同取向条件下, 再结晶的存在显著加速裂纹扩展, 降低合金热疲劳性能.

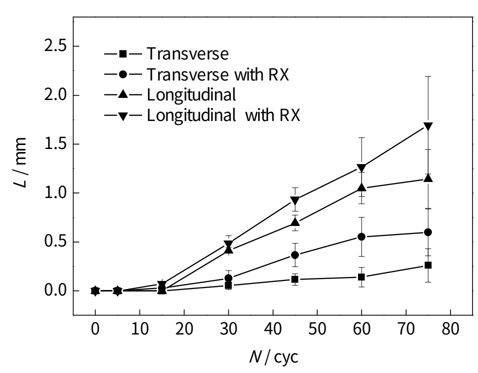


图7 定向凝固钴基高温合金的热疲劳裂纹长度L与冷热循环周次N的关系曲线

Fig.7 Curves of fatigue crack length L as a function of cycle number N during thermal fatigue tests in DS Co-based superalloy

2.3 裂纹形貌

图8a为不含再结晶的横向定向凝固钴基高温合金样品经30 cyc冷热循环后的热疲劳裂纹形貌. 在样品缺口处存在2条裂纹, 1条长度较短, 垂直于一次枝晶干方向, 即与正应力方向垂直; 另1条与一次枝晶生长方向呈45°, 沿最大切应力方向开裂. 冷热循环至75 cyc后, 原先沿最大切应力方向萌生的裂纹扩展缓慢, 而垂直于一次枝晶干的裂纹向内扩展, 宽度增加, 成为主裂纹, 如图8b所示. 对主裂纹前沿采用SEM观察发现, 裂纹止于合金基体中(图9a). 由EDS分析可知, 图9a中裂纹前端O含量较高, 表明裂纹附近的合金基体发生氧化(图9b).

图10a为含有再结晶的横向定向凝固钴基高温合金经15 cyc冷热循环后的裂纹扩展形貌. 与图9a中无再结晶的横向样品基体开裂不同, 图10a中样品缺口尖端的再结晶晶界发生开裂, 裂纹沿晶界向内扩展. 循环75 cyc后, 缺口处出现多条裂纹, 并且扩展时发生分叉现象, 但主要扩展方向与正应力和最大切应力方向基本吻合(图10b). 经测量, 沿正应力方向, 即垂直于一次枝晶干方向的裂纹最长. 图10c中所示的SEM像表明, 再结晶晶粒内部析出大量

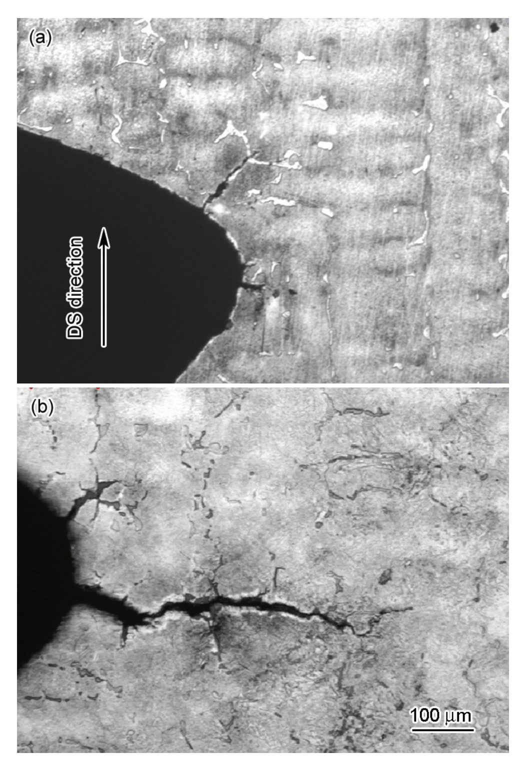


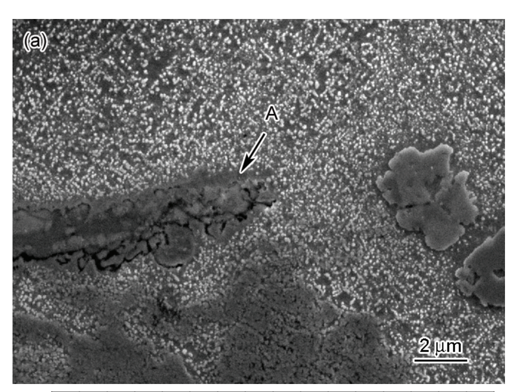
图8 不含再结晶的横向定向凝固钴基高温合金经不同周次热疲劳后裂纹的OM像

Fig.8 OM images of transverse DS Co-based superalloy without RX after thermal fatigue of 30 cyc (a) and 75 cyc

chinaXiv:202303.00470v1

ChinaXiv合作期刊

chinaXiv:202303.00470v1



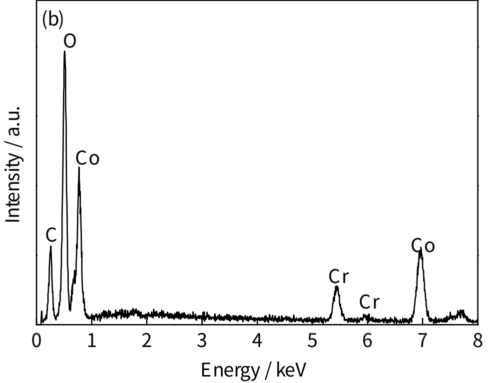


图 9 横向定向凝固钴基高温合金75次冷热循环后主裂纹前沿的SEM像及EDS分析

Fig.9 SEM image of crack tip (a) and EDS analysis of point A in Fig.9a (b) of transverse DS Co-based superalloy after 75 cyc thermal fatigue

纳米尺寸的$M_{23}C_6$型二次碳化物; 热疲劳裂纹沿再结晶晶界扩展, 裂纹附近存在$M_{23}C_6$型碳化物贫乏区; 晶界上的块状碳化物发生开裂, 还被严重氧化. 从图10d可以观察到, 样品沿再结晶晶界析出了$M_{23}C_6$型二次碳化物; 然而在裂纹前沿的晶界上, 之前析出的$M_{23}C_6$发生脱落, 预先形成晶界孔洞, 加速裂纹扩展.

图11a为不含再结晶的纵向定向凝固钴基高温合金经过30 cyc冷热循环后的裂纹扩展形貌.可以看到, 裂纹在缺口尖端的枝晶间区域产生. 图11b为循环周次达到75 cyc后的主裂纹形貌, 进一步说明裂纹沿枝晶间扩展. 图11c为主裂纹前沿的SEM像. 由图可见, 合金中M_7C_3型碳化物尺寸较大, 呈块状; MC型碳化物尺寸相对较小, 呈条状; 在裂纹的扩展路径上, 初生碳化物分布密集, 扩展过程中, 初生碳化物与基体间的界面发生开裂, 导致整个碳化物脱落, 留下孔洞, 裂纹最终停止在MC碳化物附近.

图12为含再结晶的纵向定向凝固钴基高温合金裂纹的萌生和扩展以及裂纹附近碳化物的形貌. 由于应力集中于V型缺口尖端, 冷热疲劳15 cyc后, 缺口尖端附近的再结晶晶界发生开裂, 晶界上碳化物的开裂促进了裂纹扩展, 如图12a所示. 经过75 cyc后, 主裂纹平行于一次枝晶方向, 从缺口处延伸至样品内部(图12b). 图12c为主裂纹前沿的SEM像,

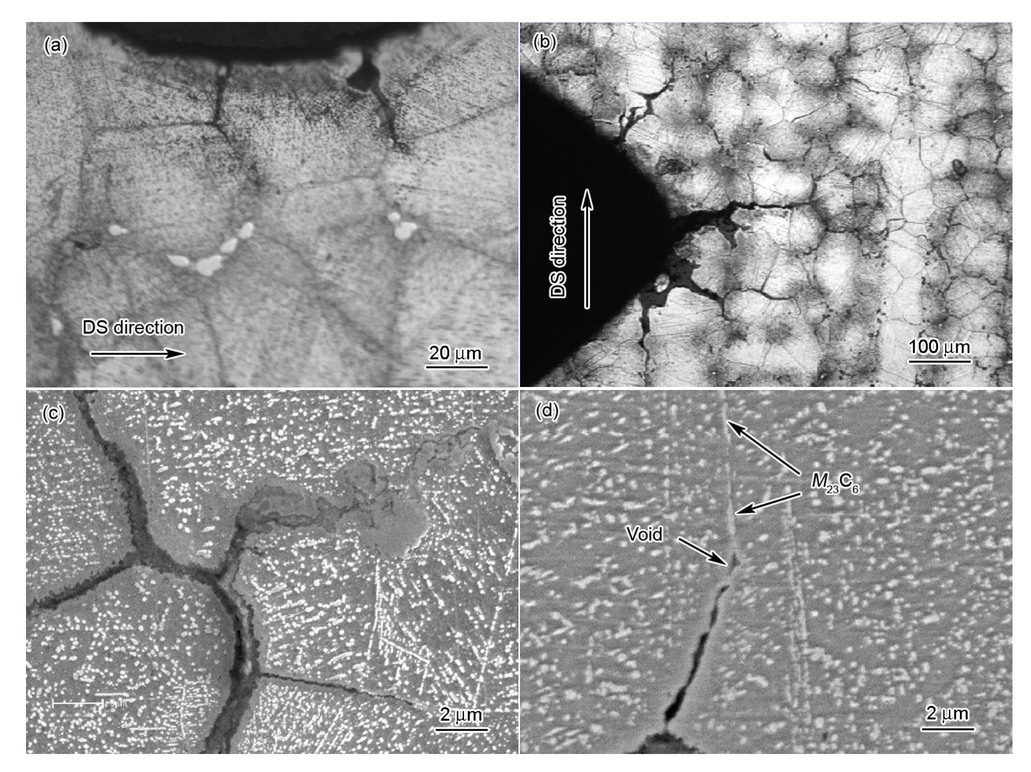


图 10 含再结晶的横向定向凝固钴基高温合金不同循环周次后的裂纹形貌OM和SEM像

Fig.10 OM (a, b) and SEM (c, d) images of transverse DS Co-based superalloy with RX after thermal fatigue of 15 cyc (a) and 75 cyc (b, c, d)

ChinaXiv合作期刊

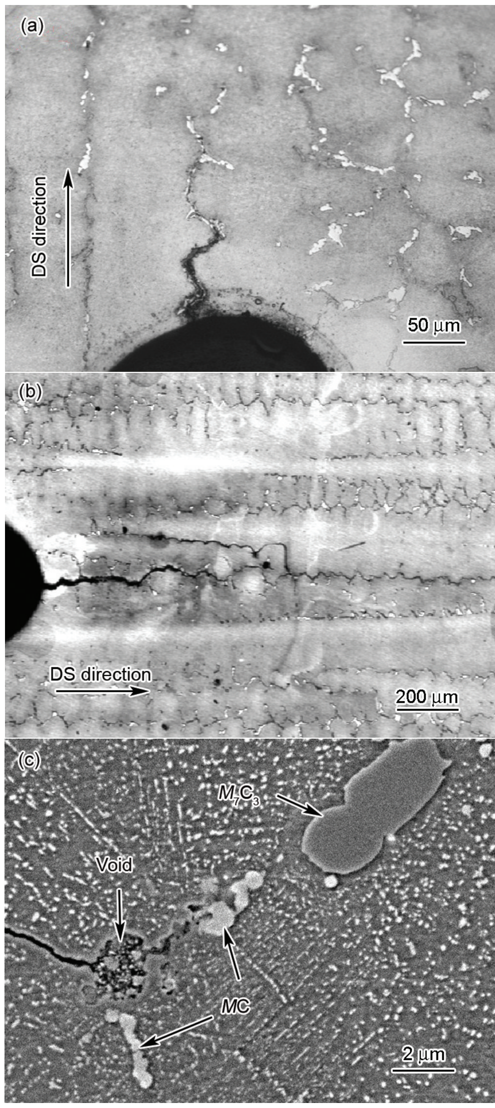


图 11 纵向定向凝固钴基高温合金不同周次热疲劳后裂纹的萌生和扩展形貌

Fig.11 OM images of longitudinal DS Co-based superalloy without RX after thermal fatigue of 30 cyc (a) and 75 cyc (b), SEM image of the crack growth induced by cracking of carbides after 75 cyc (c)

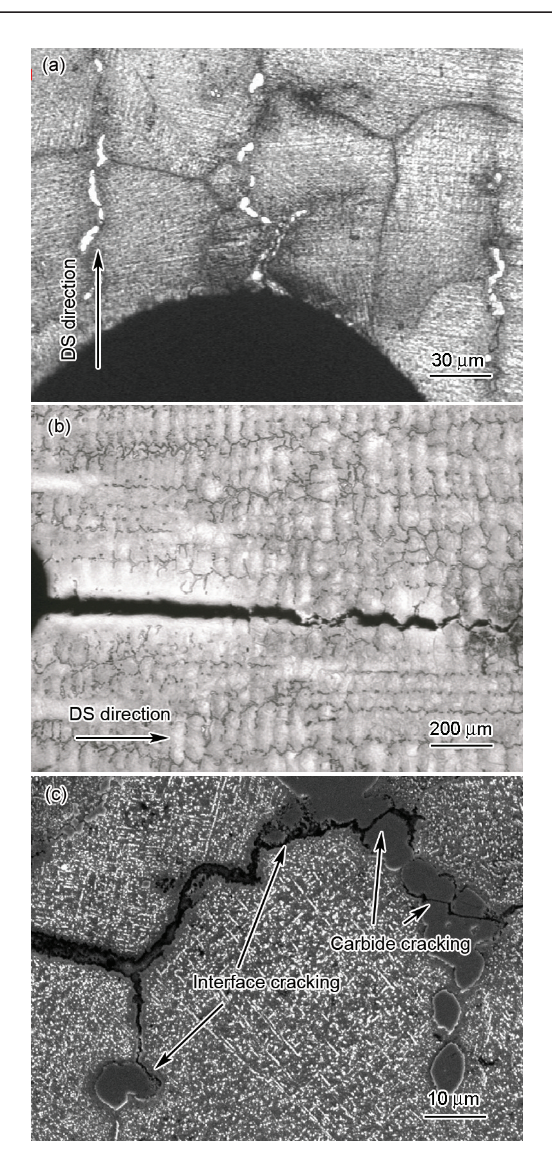


图 12 含再结晶的纵向定向凝固钴基高温合金裂纹的萌生和扩展及裂纹附近碳化物形貌

Fig.12 OM images of longitudinal DS Co-based superalloy with RX after thermal fatigue of 15 cyc (a) and 75 cyc (b), SEM image of carbide cracking and secondary cracks propagated along RX grain boundaries (c)

表明主裂纹沿再结晶晶界从左向右扩展. 在三叉晶界处, 沿着再结晶晶界产生二次裂纹; 二次裂纹方向与正应力方向近似平行, 扩展困难, 裂纹停止在碳化物与基体的界面. 另外, 晶界上的碳化物受到主裂纹的影响, 还出现了界面开裂等现象. 当碳化物尺寸较大时, 裂纹扩展受阻. 在裂纹尖端应力场的作用下, 碳化物发生开裂.

3 分析讨论

3.1 缺口取向对热疲劳性能的影响

目前, 有关缺口取向对定向凝固高温合金热疲劳性能影响的研究比较有限. 文献[19]中对镍基合金DZ22热疲劳裂纹扩展的研究发现, 当缺口方向与凝固方向夹角小于45°时,合金性能明显下降. Robert和Richard[20]发现, 当缺口方向垂直于定向凝固镍基合金凝固方向时, 材料表现出优异的热机械疲劳寿命; 缺口平行于凝固方向时, 裂纹沿缺口附近的柱状晶晶界扩展. 上述情况在本研究中也有发现. 合金的柱状晶晶界和枝晶间分布着大量块状 *MC* 和 M_7C_3 型碳化物(图 6a), 而这些碳化物是裂纹萌生和扩展的途径(图 11a 和 b). 然而, 当缺口垂直于凝固方向时(图 8b), 裂纹垂直于正应力方向穿过致密的枝晶干, 受显微组织影响较小, 可见2种缺口

chinaXiv:202303.00470v1

ChinaXiv合作期刊

取向样品的失效方式必然存在本质区别.

Xia 等[21]在研究镍基合金DZ319的热疲劳性能时发现, 裂纹扩展连接氧化空洞穿过致密的枝晶干. 然而在本工作中, 缺口垂直于凝固方向时(图8b), 裂纹附近发生氧化, 但在裂纹前沿并没有发现氧化孔洞(图9a), 或许这与钴基合金优良的抗氧化能力有关.研究[22]表明, 钴基合金在1000 ℃以下的静态氧化产物以CoO和Cr_2O_3等为主, 氧化层连续致密. 在本工作中, 温度场剧烈变化, V型缺口应力集中, 脆性氧化膜发生破裂, 合金在裂纹尖端露出新鲜表面. Reuchet和Remy[23]计算在900 ℃的空气中, 钴基合金中的氧扩散至裂纹尖端达到饱和的时间仅为5×10^{-8} s. Kang等[24]研究发现, 氧在应力作用下可以加速向合金内部扩散, 加重高温氧化. 与此同时, 基体中的化学元素Al, Ti和Cr不断氧化消耗, 合金强度降低. 上述因素的共同作用, 最终致使V型缺口处氧化速度最快, 程度最严重. 在冷热循环过程中, 氧化层反复形成和破坏, 裂纹尖端被持续氧化, 最终表现为裂纹从缺口萌生, 并垂直于正应力方向扩展,这也是图8中缺口垂直于凝固方向的横向样品主要开裂原因.

对于缺口取向与凝固方向平行的纵向样品, 除了氧化作用外, 微观组织对热疲劳的萌生和扩展产生重要影响. 据报道, 钴基高温合金在980 ℃时的热膨胀系数(CTE)约为1.7×10^{-5} ℃$^{-1}$ [25], 高于富Cr的M_7C_3或$M_{23}C_6$型碳化物(1.1×10^{-5} ℃$^{-1}$ [25]), 是富Ta, Ti, Zr和W等元素的MC型碳化物(0.7×10^{-5}~0.8×10^{-5} ℃$^{-1}$ [26])的2倍. 由于合金基体与碳化物热膨胀系数不同, 升温时, 碳化物受到压应力作用, 而在降温过程中, 碳化物则受拉应力作用. 受此影响, 基体和碳化物界面的结合强度下降[6]. 裂纹扩展过程中遇到碳化物时, 裂纹尖端应力大于碳化物与基体间界面的结合强度, 导致界面开裂. 在定向凝固钴基合金中, 枝晶间分布大量碳化物, 与图8中裂纹穿过致密的枝晶干相比, 当缺口平行于凝固方向时, 裂纹沿碳化物界面扩展能耗较小, 表现为枝晶间优先开裂(图11b).

3.2 再结晶对热疲劳性能的影响

一般来说, 再结晶的存在将使定向凝固高温合金的性能急剧下降. Xie等[16]研究发现, 含有表面再结晶的DZ125L定向凝固镍基高温合金在高温持久过程中, 垂直于应力轴的再结晶晶界容易开裂. 郑运荣等[27]认为, 枝晶干是定向凝固合金的主要承载组织, 再结晶层承载能力极低, 如果枝晶干被再结晶晶界贯穿, 反而成为合金的薄弱区域. 本工作研究再结晶对横向样品热疲劳性能的影响时, 缺口区域预制了再结晶晶粒, 大量晶界穿过枝晶干, 破坏了原有的柱晶组织(图6b). 冷热循环导致合金热应力周期性变化, 裂纹沿再结晶晶界开裂并扩展(图10). 然而由图5所示, 再结晶现象虽然致使钴基合金热疲劳性能降低, 但是再结晶的横向样品裂纹扩展速率低于不含再结晶的纵向样品, 由此可见, 定向凝固钴基高温合金的再结晶晶界具有一定的承载能力.

与镍基合金不同, 钴基合金在热疲劳实验中, 由于循环应力作用, 合金基体产生大量滑移和位错, Cr向滑移面和晶界偏析, 并与基体中的C反应[28,29], 在基体和晶界析出纳米尺寸的二次碳化物$M_{23}C_6$(图10d). 再结晶晶界的存在一方面促进二次碳化物$M_{23}C_6$的析出, 提高材料的高温持久强度[30]. 另一方面, 晶界具有高溶解性和高扩散性[31,32], 再结晶晶界为氧提供了快速扩散通道, 氧化导致晶界强度降低, 促进热疲劳裂纹扩展. 钴基合金中Cr元素在高温下化学性质活泼, 会发生氧化反应[22]. 在本实验中, 由于受到晶界裂纹的影响, 基体为了补充因氧化而损失的Cr, 之前析出的$M_{23}C_6$型碳化物又重新溶解, 在裂纹附近出现$M_{23}C_6$型碳化物的贫乏区(图10c).裂纹前沿再结晶晶界上的$M_{23}C_6$在发生分解的同时, 与基体界面的结合力降低, 发生脱落后留下晶界孔洞(图10d). 裂纹通过连接晶界孔洞, 降低扩展阻力加速开裂, 致使图10中再结晶的横向样品热疲劳性能下降.

本研究中, 在含有再结晶的2组样品中, 缺口取向平行于定向凝固方向时裂纹扩展速率最高(图7), 裂纹扩展形貌(图12b)也与垂直凝固方向时(图10b)明显不同. 由此可见, 原始显微组织对不同缺口取向再结晶样品热疲劳性能有较大影响. 引入局部再结晶之后, 合金中的MC和M_7C_3型初生碳化物通过再结晶晶界相连(图6b和11a), 这样会致使某些晶界路径上碳化物密度较高. 由于初生碳化物沿枝晶间分布, 所以这种晶界路径与凝固方向近似一致. 前文所述, 合金中碳化物与基体之间的界面强度, 会因周期变化的应力应变而降低; 与图10d相同, 在再结晶晶界氧化开裂的同时, 晶界析出的二次碳化物$M_{23}C_6$在应力和氧化的作用下脱落, 晶界加速开裂. 上述因素的共同作用, 依据裂纹扩展能耗最小的原理, 最终导致再结晶纵向样品的裂纹优先沿连接枝晶间碳化物的再结晶晶界扩展(图12b), 热疲劳

chinaXiv:202303.00470v1

ChinaXiv合作期刊

性能最低.

综上所述, 缺口取向和再结晶引起定向凝固钴基高温合金的热疲劳损伤机制各不相同. 不同缺口取向热疲劳性能之间的差异, 在于裂纹是否沿枝晶间分布的初生碳化物扩展; 含有再结晶2组样品也受缺口方向上初生碳化物分布的影响. 然而如图7所示, 即使发生再结晶的横向样品的裂纹扩展速率, 也低于不含再结晶的纵向样品. 由此可见, 无论是否发生再结晶, 沿缺口方向规则排列的初生碳化物是合金热疲劳性能降低的重要因素. 根据以上结果, 对于选用定向凝固钴基高温合金作为构件的航空发动机和地面燃气轮机, 需要综合考虑受力状态、合金取向、表面再结晶组织以及工作环境的影响; 在防止合金表面形成再结晶的同时, 避免构件受力方向与柱状晶方向垂直或成较大的角度.

4 结论

(1) 在冷热循环75 cyc内, 定向凝固钴基高温合金含再结晶的纵向样品主裂纹扩展长度最长, 不含再结晶的纵向样品次之, 其后是含再结晶的横向样品, 而没有再结晶的横向样品最短.

(2) 缺口取向垂直于凝固方向时, 合金在应力作用下循环氧化开裂, 裂纹垂直于凝固方向扩展, 热疲劳性能优异; 缺口平行于凝固方向时, 热疲劳裂纹沿枝晶间扩展, 扩展路径上初生碳化物分布密集.

(3) 再结晶降低定向凝固钴基高温合金的热疲劳性能, 再结晶晶界氧化开裂, 热疲劳过程中晶界析出的$M_{23}C_6$型碳化物氧化脱落后形成孔洞加速裂纹扩展; 连接枝晶间碳化物的再结晶晶界成为缺口平行于凝固方向时热疲劳裂纹的优先扩展通道.

参考文献

[1] Badger F S. *J Met*, 1958; 10: 512

[2] Ratna V, Sarma D S. *Scr Metall*, 1993; 29: 467

[3] Glover N E, Davis C L. *Scr Metall*, 1996; 34: 675

[4] Li Y L, Yuan C, Guo J T. *Acta Metall Sin*, 2006; 42: 1056
(李友林, 袁 超, 郭建亭. 金属学报, 2006; 42: 1056)

[5] Beck C G, Santhanam A T. *Scr Metall*, 1978; 12: 255

[6] Bhattachar V S. *Int J Fatigue*, 1995; 17: 407

[7] Woodford D A, Mowbray D F. *Mater Sci Eng*, 1974; A16: 5

[8] Xia P C, Yu J J, Sun X F, Guan H R, Hu Z Q. *Rare Met Mater Eng*, 2008; 37: 50
(夏鹏成, 于金江, 孙晓峰, 管恒荣, 胡壮麒. 稀有金属材料与工程, 2008; 37: 50)

[9] Reuchet J, Remy L. *Mater Sci Eng*, 1983; A58:19

[10] Miao J S, Pollock T M, Jones J W. *Acta Mater*, 2009; 57: 5964

[11] Pedron J P, Pineau A. *Mater Sci Eng*, 1982; 56: 143

[12] Xiao X, Xu H, Qing X Z, Guo Y A, Guo J T, Zhou L Z. *Acta Metall Sin*, 2011; 47: 129
(肖 旋, 许 辉, 秦学智, 郭永安, 郭建亭, 周兰章. 金属学报, 2011; 47: 129)

[13] Xia P C, Yu J J, Sun X F, Guan H R, Hu Z Q. *Rare Met Mater Eng*, 2011; 40: 152
(夏鹏成, 于金江, 孙晓峰, 管恒荣, 胡壮麒. 稀有金属材料与工程, 2011; 40: 152)

[14] Panwisawas C, Mathur H, Gebelin J, Putman D, Rae C M F, Reed R C. *Acta Mater*, 2013; 61: 51

[15] Wang L, Pyczak F, Zhang J, Lou L H, Singer R F. *Mater Sci Eng*, 2012; A532: 487

[16] Xie G, Wang L, Zhang J, Lou L H. *Metall Mater Trans*, 2008; 39A: 206

[17] Khan T, Caron P, Nakagawa Y G. *J Met*, 1986; 38: 16

[18] Pu S, Zhang J, Shen Y F, Lou L H. *Mater Sci Eng*, 2008; A480: 428

[19] Guo X F, Wang H Q. *Aeronaut Mater*, 1984; (6): 1
(郭秀芬, 王海清. 航空材料, 1984; (6): 1)

[20] Robert A K, Richard W N. *Int J Fatigue*, 2010; 32: 1330

[21] Xia P C, Yang L, Yu J J, Sun X F, Guan H R, Hu Z Q. *Rare Met*, 2011; 30(special issue): 472

[22] Liu P S, Chen G F, Liang K M. *J Chin Soc Corros Prot*, 1999; 19: 339
(刘培生, 陈国锋, 梁开明. 中国腐蚀与防护学报, 1999; 19: 339)

[23] Reuchet J, Remy L. *Mater Sci Eng*, 1983; A58: 19

[24] Kang B, Liu X B, Cisloiu C, Chang K M. *Mater Sci Eng*, 2003; A347: 205

[25] Brandes E A, Brook G B. *Smithells Metals Reference Book*. 7th Ed., London: Butterworths Press, 1992: 11

[26] Chen K Y, Zhao L R. *J Phys Chem Sol*, 2007; 68: 1805

[27] Zheng Y R, Ruan Z C, Wang S C. *Acta Metall Sin*, 1995; 31(suppl): 325
(郑运荣, 阮忠慈, 王顺才. 金属学报, 1995; 31(增刊): 325)

[28] Lu Z, Lu L, Xu Y B, Hu Z Q. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*, 1998; 21: 1589

[29] Jiang W H, Yao X D, Guan H R. *Mater Sci Eng*, 1999; A271: 101

[30] He L Z, Zheng Q, Sun X F. *Mater Sci Eng*, 2005; A397: 297

[31] Mishin Y, Herzig C. *Mater Sci Eng*, 1999; A260: 55

[32] Parthasarathy T A, Shewmon P G. *Scr Metall*, 1983; 17: 943

(责任编辑:罗艳芬)

chinaXiv:202303.00470v1

